

## Kajian Tentang Isolasi Selulosa Mikrokrystalin (SM) dari Limbah Tongkol Jagung

Wiwin Rewini Kunusa  
Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan IPA, Universitas Negeri Gorontalo

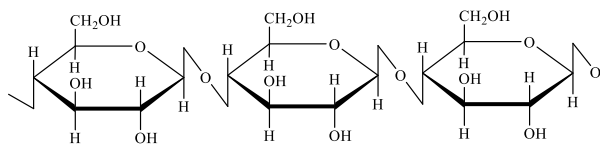
### Abstrak

Kualitas selulosa hasil sintesis yang mengandung kualitas Alfa-Selulosa dari hasil penelitian memperlihatkan, isolasi selulosa dengan metode ekstraksi menggunakan NaOH 4% kemudian dilanjutkan dengan hidrolisa  $\alpha$ -selulosa menggunakan 2,5N asam klorida dan HCl pekat 38%. Sampel awal serbuk tongkol jagung ukuran 80 Mesh yang digunakan sebanyak 118,86 gr pada tahap *dewaxing*. Selanjutnya diperoleh produk sebanyak 90 gr. Proses de-hemiselulosa diperoleh 50 gr sampel atau dengan rendemen 55,56%. Selanjutnya tahap de-lignifikasi dihasilkan produk selulosa sebanyak 30 gr atau dengan rendemen 60%. Tahap *bleaching* selulosa dihasilkan 25,87 gr selulosa murni atau dengan rendemen 86,23%. Hasil hidrolisis selulosa murni memperoleh mikrokrystalin selulosa dengan metode gravimetric sesuai SNI No. 0444-2009 menghasilkan 24,08 gr atau rendemen sebesar 93,1% dengan kadar air 6,9% mikrokrystalin selulosa. Luaran dari hasil penelitian ini diharapkan diperoleh produk selulosa dari limbah tongkol jagung dengan nilai alfa-selulosa yang tinggi yang menunjukkan kualitas selulosa hasil isolasi.

**Kata Kunci:** Tongkol jagung, selulosa, Alfa-Selulosa, Beta-Selulosa, Gama-Selulosa

### PENDAHULUAN

Limbah tongkol jagung pada umumnya mengandung selulosa yang cukup tinggi. Dalam pengolahan bahan berserat, selulosa merupakan polimer utama yang merupakan senyawa dominan. Selulosa adalah senyawa polimer linear yang terdiri dari unit ulangan  $\beta$ -D-Glukopiranos. Selulosa memiliki gugus fungsional aktif dalam rantai selulosa yakni tiga gugus aktif HO-6 Primer dan HO-2, HO-3 sekunder pada setiap unit glukosa yakni unit  $\beta$ -D Glukopiranos.



Gambar 1. Struktur Kimia Selulosa

Salah satu proses untuk memisahkan selulosa dari hemiselulosa dan lignin adalah melalui teknik *pulping*. Teknik ini dikenal dalam

industri kertas, yaitu dengan cara perebusan dalam larutan alkali. Selulosa memiliki struktur kaku.

Adanya lignin dan hemiselulosa disekeliling selulosa menjadi penghambat utama pemrosesan dan fabrikasi dalam menghidrolisis selulosa. Kristalisasi selulosa dan pengerasan fibril selulosa oleh lignin membentuk suatu senyawa lignoselulosa yang keras (Moigne., 2008). Rantai molekul selulosa berasosiasi dengan polimer lain membentuk struktur linier sehingga memiliki kekuatan tarik tinggi yang dikenal sebagai mikrofibril. Gugus  $-OH$  molekul selulosa dapat membentuk 2 macam ikatan hidrogen tergantung letaknya pada unit-unit glukosa. Gugus  $-OH$  dari unit-unit yang berdekatan membentuk *ikatan intramolekuler* dan gugus  $-OH$  dari molekul-molekul selulosa yang berampingan membentuk *ikatan interamolekuler*. Ikatan-ikatan inilah yang memberikan kekakuan pada rantai dan menyebabkan adanya pembentukan struktur supra molekul. Kristalinitas selulosa juga menghadirkan tantangan lain yakni untuk efisiensi proses

hidrolisis karena kurangnya aksesibilitas dari selulosa berkaitan dengan struktur selulosa yang kompleks yang membentuk struktur 3D kisi. Target khusus yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah kualitas selulosa hasil sintesis yang mengandung kualitas Alfa-Selulosa. Menurut, (Le Moigne N., 2007), berdasarkan derajat polimerisasi (DP) dan kelarutan dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) 17,5%, selulosa dapat dibedakan atas tiga jenis yaitu : Selulosa Alpha adalah selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% atau larutan basa kuat dengan DP (derajat polimerisasi) 600-1500. Selulosa  $\alpha$  dipakai sebagai penduga dan atau penentu tingkat kemurnian selulosa (Sjostrom, 1993). Selulosa  $\beta$  (Betha Cellulose) adalah selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5% atau basa kuat dengan DP 15 - 90, dapat mengendap bila dinetralkan asam kuat (Sjostrom, 1993). Selulosa  $\mu$  (Gamma cellulose) adalah sama dengan selulosa  $\beta$ , tetapi DP nya kurang dari 15. (Sjostrom, 1993). Selulosa  $\alpha$  merupakan kualitas selulosa yang paling tinggi (murni). Selulosa  $\alpha > 92\%$  memenuhi syarat untuk digunakan sebagai bahan baku utama pembuatan propelan dan atau bahan peledak. Sedangkan selulosa kualitas dibawahnya digunakan sebagai bahan baku pada industri kertas dan industri sandang/kain (serat rayon). Produk bernilai ekonomis dari selulosa antara lain untuk pembuatan propelan/bahan peledak pada industri pembuatan amunisi/mesin, bahan baku pada industri kertas dan sandang (serat rayon), bahan baku pada produk kecantikan. Selain itu gugus aktif selulosa dapat berinteraksi dengan komponen adsorbat melalui mekanisme pembentukan kompleks koordinasi sebagai adsorben logam berat. Oleh karena selulosa memiliki reaktifitas kimia yang tinggi dan menyebabkan sifat polielektrolit kation sehingga dapat berperan sebagai penukar ion (*ion exchanger*). (Khan *et al.*, 2006).

## METODE PENELITIAN

**Sampling Bahan Baku.** Limbah tongkol jagung yang digunakan sebagai bahan baku penelitian ini adalah berasal dari Lokasi Perkebunan Masyarakat Desa Milango Kecamatan Wonggarasi, Kabupaten

Pohuwato, Propinsi Gorontalo yang telah melalui perlakuan treatment sampel.

**Preparasi Sampel.** Sampel tongkol jagung kering dipotong-potong kecil dengan cara digergaji dengan ukuran ketebalan sama kemudian dibilas dengan. Tahap pengeringan sampel menggunakan oven suhu 60°C-70°C selama 24 jam kemudian diblender dan diayak menggunakan Shaker Digital ukuran 80 mesh

**Tahap Isolasi  $\alpha$ -selulosa dan selulosa mikrokristal.**

**Tahap Dewaxing (Penghilangan Senyawa Ekstrakti).** Tahap penghilangan kandungan zat lilin, zat-zat pewarna, lemak, tannin dan zat-zat organik lainnya (Sjostrom, 1995). Sebanyak 12 gr sampel diekstraksi dengan 240 mL etanol- toluena (1:2) suhu 85°C selama 4 jam menggunakan metode Soxhlet. Residu bebas senyawa ekstraktif kemudian dikeringkan dalam oven selama 4 jam. Sampel ditimbang dan dihitung rendemennya.

**Proses Penghilangan Pati.** Dilanjutkan dengan proses penghilangan pati dilakukan dengan cara ekstraksi dengan air panas, dilakukan secara berulang sampai sampel bebas pati. Residu bebas pati dikeringkan dalam oven suhu 60°C selama 4 jam. Ditimbang dan dihitung rendemennya.

**De- Hemiselulosa.** Sebanyak 5 gr residu bebas pati dan ekstraaktif dilarutkan kedalam 100 mL NaOH 4% dipanaskan pada suhu 85°C selama 2 jam, didinginkan dan disaring. Pencucian residu menggunakan aquadest sampai pH netral. Residu bebas hemiselulosa dikeringkan dalam oven suhu 60°C selama 4 jam. Ditimbang dan dihitung rendemennya.

**Delignifikasi.** Residu kering bebas hemiselulosa ditimbang sebanyak 50 g dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 1000 mL ditambahkan larutan HCl 25% sebanyak 120 mL ; 50 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 10 % dan aquades 400 mL ke dalam labu dan direfluks selama 2 jam suhu 60°C. Selanjutnya disaring menggunakan pompa vakum, dibilas /dinetralkan dengan aquades hingga pH netral, dikeringkan dengan suhu 60°C selama 4 jam. ditimbang dan dihitung rendemen selulosa.

**Tahap Bleaching (Pemutihan).** Residu kering selulosa dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 1000 mL ditambahkan larutan HCl 37% 100 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 38 % 150 mL dan aquades 100 mL ke dalam labu. direfluks selama 2 jam pada suhu 60 °C. Selanjutnya disaring dan dinetralkan dengan aquades hingga pH netral. Residu kering selulosa hasil *bleaching* dikeringkan suhu 40 °C selama 24 jam ditimbang dan dihitung rendemennya.

## HASIL PENELITIAN

### Serbuk Selulosa (SS)

12,5 kgr sampel tongkol jagung yang disediakan, maka ±500 gr tongkol jagung yang digunakan dimana pengeringan awal dengan sinar matahari. Serbuk tongkol jagung ukuran 80 mesh sebanyak 276,9 gr dengan pengeringan oven suhu 60°C-70°C. Semakin kecil partikel sampel semakin banyak yang terekstrak dan semakin tinggi rendemen selulosa yang diperoleh, rendemen serbuk selulosa (SS) yang dihasilkan sebanyak 276,9 gr. Ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Serbuk Selulosa (SS) ukuran 80 mesh

### Isolasi $\alpha$ -Selulosa dan Selulosa Mikrokrystal.

#### Tahap Dewaxing;

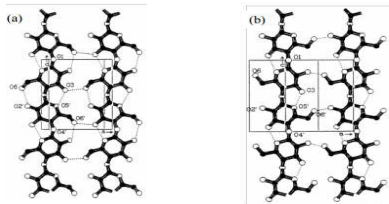
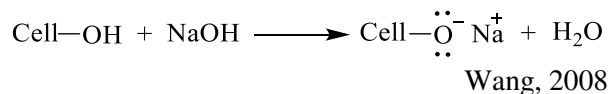
Tahap penghilangan kandungan zat lilin, zat-zat pewarna, lemak, tannin dan zat-zat organic lainnya (Sjostrom, 1995). Tahap ini bertujuan untuk mencegah pembentukan hasil-hasil kondensasi dengan lignin selama proses isolasi. Prinsipnya adalah mengekstrak zat lilin, lemak, tannin dan zat-zat pewarna dengan menggunakan pelarut organik yakni etanol : toluena (1 : 2). Ekstraksi dihentikan pada saat semua senyawa zat lilin terekstrak yang ditunjukkan dengan warna pelarut pada sifon berubah menjadi jernih. Setelah proses dewaxing, maka didapatkan serbuk sebanyak 90 gram sampel yang bebas zat lilin, zat-zat pewarna, lemak, tannin

dan zat-zat organic lainnya. Rendemen yang dihasilkan sebanyak 75,71%.

#### Tahap Penghilangan Hemiselulosa (de-hemiselulosa)

Proses de-hemiselulosa digunakan 90 gram sampel hasil proses *dewaxing* yang bebas zat ekstraaktif dengan mereaksikan 4% NaOH kemudian dipanaskan pada suhu 85°C selama 2 jam. Ekstraksi dengan menggunakan NaOH ini dapat menghilangkan hemiselulosa (Harborne, 1987). Semua prosedur menggunakan NaOH dengan konsentrasi yang berbeda tidak mempengaruhi proses isolasi hemiselulosa karena senyawa ini larut dalam pelarut basa. Pada saat pemanasan bertangung, hemiselulosa akan melunak, dan pada saat hemiselulosa melunak serat yang sudah terpisah akan menjai mudah berserabut. Menurut (Wang, 2008), kelarutan maksimal terjadi dengan larutan 8 ~ 10 % NaOH dapat menembus daerah amorf selulosa, kemudian melarutkan selulosa dan merusak daerah kristalin. Kemudian sampel disaring dan dicuci dengan aquadest sampai pH netral. Pencucian dengan menggunakan air panas tujuannya adalah untuk menghilangkan sisa-sisa pelarut. Rendemen yang dihasilkan sebanyak 55,56 % atau 50 gram sampel bebas hemiselulosa. Dalam proses pelarutan selulosa dimulai dengan degradasi struktur serat dan fibril dan akan menghasilkan disintegrasi yang sempurna menjadi molekul-molekul individual dengan panjang rantai yang tidak berubah. Degradasi struktur supramolekul terjadi dengan pembengkakan dan penyisipan gugus kimia yang akan memecah ikatan-ikatan intramolekul dan melapisi molekul-molekul selulosa. Pembengkakan dan mekanisme pembubaran serat selulosa sangat tergantung pada kualitas pelarut. Menambahkan zat-zat penggelembung seperti NaOH, terjadi penggelembungan serat. Bila konsentrasi NaOH ini cukup pekat yaitu 13% pada suhu 20°C bagian kristalin mulai menggelembung dan terjadi perubahan kisi-kisi kristal menjadi Selulosa II yang permanen (kisi-kristal selulosa dalam I = selulosa). Wang, 2008 berpendapat bahwa konsentrasi NaOH harus lebih tinggi dari 10% untuk awal transformasi

kisi dari selulosa I ke Na - selulosa II. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 3. Kisi-kristal selulosa I dan Selulosa II

### Tahap Delignifikasi

Adanya senyawa lignin menyebabkan warna menjadi kecoklatan sehingga perlu pemisahan lignin melalui tahap pemutihan (*bleaching*). Tahap penghilangan lignin dilakukan dengan perlakuan HCl 2,5N untuk menghasilkan serat selulosa mikrokristal. Hal ini karena HCl menghancurkan daerah amorf serat selulosa dan memungkinkan grafting kelompok klorida pada permukaan yang menstabilkan gerakan elektrostatis. Proses degradasi rantai selulosa oleh katalis asam melalui beberapa langkah antara lain pemutusan rantai makromolekul untuk membentuk produk molekul rendah. Pada reaksi dengan suhu yang tinggi akan menyebabkan lignin terpecah menjadi partikel dan terlepas dari selulosa. Senyawa lignin bersifat mudah larut dalam asam atau basa. Endapan hasil proses delignifikasi, berupa senyawa selulosa sehingga residu yang diperoleh disebut sebagai  $\alpha$ -selulosa. Selanjutnya residu yang diperoleh tersebut dihaluskan secara mekanik dan yang disebut sebagai selulosa mikrokristal (SM).

### Tahap Bleaching (Pemutihan)

Tahap pemutihan menggunakan menggunakan  $\text{H}_2\text{O}_2$  merupakan agen delignifikasi yang banyak digunakan serta dapat menghilangkan lignin dan hemiselulosa tanpa mengurangi serat selulosa secara signifikan (Wagiyanto, 2009). Lignin yang masih tersisa pada residu dapat dihilangkan dengan penambahan air panas. Penambahan air panas juga berfungsi untuk menghilangkan senyawa hipoklorit dan hemiselulosa. Hemiselulosa tersusun dari

glukosa rantai pendek dan bercabang, dan hemiselulosa lebih mudah larut dalam air (Wagiyanto, 2009). Perolehan serat selulosa secara kimiawai dalam alkali dengan perlakuan *bleaching*, menunjukkan bahwa kandungan non selulosa telah hilang karena terlarutkan oleh pelarut yang digunakan. Hasil ekstraksi serbuk tongkol jagung manis tersebut memperlihatkan bahwa rendemen ekstrak tongkol jagung adalah 36,165%. Penelitian yang dilakukan oleh Bidin (2010) dengan perlakuan yang sama dan bahan yang berbeda yakni jerami padi dengan rendemen sebesar 36,335%. Selulosa merupakan serat berwarna putih, tidak larut dalam air panas dan dingin, alkali dan pelarut organik netral seperti alkohol dan benzene.



Gambar.2 Selulosa Mikrokristalin

## PENUTUP

Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh hasil hidrolisis selulosa murni memperoleh mikrokristalin selulosa dengan metode gravimetric sesuai SNI No. 0444-2009 menghasilkan 24,08 gr atau rendemen sebesar 93,1% dengan kadar air 6,9% mikrokristalin selulosa. Luaran dari hasil penelitian ini diharapkan diperoleh produk selulosa dari limbah tongkol jagung dengan nilai alfa-selulosa yang tinggi yang menunjukkan kualitas selulosa hasil isolasi.

## DAFTAR PUSTAKA

- Sjostrom, Eero. *Kimia Kayu, Dasar-dasar dan Penggunaan*, Edisi kedua, Universitas Gajah Mada, 1998
- Le Moigne N., Pannetier C., Höfte H., Navard P.. 2007. In: 3rd Workshop on Cellulose, Regenerated Cellulose and Cellulose Derivatives, 13-14 November 2007,